Ser. No.: 10/643,606 Docket No. FA 1093 US NA

Remarks

Claim Objections

The cancelation of Claim 2 and the amendment to Claim 6 obviate the claim objections under 37 CFR 1.75 (c).

Claim Rejections - 35 USC § 103

Claims 1-4 and 8 were rejected under 35 U.S.C. 103(a) as being unpatentable over Emch (U.S. 2002/0071918A1) in view of Rekowski et al. (U.S. 2003/0031804A1) and Talmore (U.S. 5,707,401). In the rejection, Emch was held to show a process for coating a substrate with a powder coating and then treating with NIR radiation having a wave length range of 700-4000 nm. The Examiner recognized that Emch did not show the use of a filter coated with borosilcate glass, silica or vitreous ceramic to restrict the NIR wave length range to 250-3000 nm with a restricted wavelength range of primarily of 750-1200 nm. More importantly, Emch does not recognize the problem that Applicants have solved by their process to form coatings of high quality by avoiding entrapment of air in the powder coating and thereby improving gloss, appearance, impact and flex of the resulting coating.

Rekowski was held to disclose a process for powder coating substrates and curing the coating by using NIR radiation in the wavelength range of 760-1500 nm and that this results in coatings having rapid cure sufficient hardness and good surface quality. However, Rekowski does not show the use of filters as required by Applicants' process.

Talmore was cited to show the use of filters but is directed to a completely different area of art, i.e., an apparatus for therapeutic treatment of malignant solid tumors and not to the curing of powder coating with NIR radiation which is Applicants invention and the technology of Emch and Rekowski. The combination of Talmore with Emch and Rekowski is improper and should be withdrawn.

Emch is directed to a process for the application of powder coatings and curing with high energy radiation but does not restrict the radiation to the primary NIR range of 750 – 1200 nm by the use of filters and does not recognized the problems that occur when curing without restricting the NIR

Ser. No.: 10/643,606 Docket No. FA 1093 US NA

primary radiation range to 70-1200 nm. Applicants' Example (pages 6-8 and Figures 1 and 2) shows a comparison of a powder coating cured without the use of a NIR filter in comparison to the same powder coating cured with the use of an NIR filter. The table on page 7 shows no entrapped air and improved gloss, flow, impact resistance and flexural strength of coatings cured with the NIR filter in comparison to the same coating cured without the filter. Essentially, the process of Emch is equivalent to curing without a NIR filter. More important is the appearance of powder coatings cured with and without the use of a NIR filter which is illustrated in Figures 1 and 2. Figure 1 shows the coating cured without a NIR filter while Figure 2 shows the coating cured with an NIR filter. The improved appearance of Figure 2 (the invention) is significantly better than Figure 1 (representative of the prior art).

Rekowski was cited to show that powder coatings can be cured in the NIR range of 760-1500 nm but the Examiner recognized that Rekowski did not teach or suggest the use of filters to achieve this particular range that Applicants achieve in their process by the use of appropriate filters.

Rekowski simply uses conventional radiation emitters to cure the powder coating compositions without the use of a filter to ensure that on NIR radiation is used. In particular, see Rekowski, Example 2, par. [0091] wherein a commercial radiation emitter, High-Burn radiation emitter from Adphos, is used. In the attached document, "Sekundenschnelle Aushärtung von Pulverlacken", Kia Bär, (English Translation, ET, attached), which discusses the curing of powder lacquers, from IndustrieSerVis Company, now Adphos, in Figure 2 shows the radiation distribution (Planck) of an emitter in the IR range. The emitter covers a wavelength spectrum in the range of about 250 to 6000 nm (see also ET, pages 2-3 which describes the energy of such emitters). The point is that by using such high energy emitters which include a broad band of radiation, NIR included, without the use of a filter, the results would be the same as in Applicants Example discussed above, i.e., poor appearance of the resulting cured coating.

Rekowski only determines the hardness of the cured coating in Example 2, par. [0096], and is not interested in the appearance of the

Ser. No.: 10/643,606

Docket No. FA 1093 US NA

resulting coating as are Applicants. Figures 1 and 2 of Applicants' specification clearly show the appearance difference of a coating cured with a broad wave length emitter (Figure 1) compared to the smooth and even appearance of a coating cured with an emitter having a filter allowing the primary NIR range of 750-1200 nm. The teaching of Rekowski have been recognized by Applicants on page 1 of the specification, lines 22 and following and were recognized as providing inferior coatings.

The improvement of Applicants' process is that it can be used with conventional IR radiation emitters and the automotive and truck manufacturing industry does not have to change and buy new equipment but only is required to utilize a filter as set forth in Claim 1 to allow for the exposure of a powder coating to restricted NIR radiation in the wavelength range of 750-1200 nm. This certainly is not taught or suggested by either Emch or Rekowski.

Talmore was cited and held to show the use of a filter to restrict wavelengths of emitters to a 600-750 nm range and 1200-1700 nm range. However, Talmore is not directed to a relevant area of art and can not be combines with Emch and Rekowski. Talmore is directed to an improved apparatus for the therapeutic treatment of malignant tumors and not to curing coating composition that is Applicants' invention and is the subject of Emch and Rekowski. Talmore does not suggest that his apparatus or process has any use in curing coatings and in fact, it would not be useful for the curing of coatings. Neither Emch nor Rekowski even remotely suggest that an apparatus for the treatment of tumors may be useful in curing coatings. A person skilled in the coatings art would not look to the teaching of Talmore and therefore, the combination of Talmore with Emch or Rekowski is improper and must be withdrawn.

In particular, see MPEP 2143.01 Part III citing *In re Mills* (916 F.2d 680 (Fed. Cir. 1990)) states that "the mere fact that references can be combined or modified does not render the resultant combination obvious unless the prior art also suggest the desirability of the combination." As pointed out above, there is no such suggestion in the cited references. Talmore is directed to an

Ser. No.: 10/643,606

Docket No. FA 1093 US NA

apparatus for the therapeutic treatment of malignant solid tumors. Emch and Rekowski are directed the curing of powder coating using NIR radiation without the use of filters as required by Applicants' process. Talmore has absolutely no relation to Emch, Rekowski or Applicants process and Talmore can not be logically combined with either Emch or Rekowski.

Summary

If the Examiner has questions regarding the application or the contents of this amendment or wishes to discuss the application or possible amendments to the claims, the Examiner is invited to contact the undersigned at the number provided.

Should there be a fee due which is unaccounted for, please charge such fee to Deposit Account No. 04-1928 (E.I. du Pont de Nemours and Company).

Respectfully submitted,

Hilmar L. Fricke

Attorney for Applicants

Reg. No.: 22,384

Telephone: (302) 984-6058 Facsimile: (302) 658-1192

Dated: August 14, 2006

SONDERDRUCK AUS JOT 2/98

Sekundenschnelle Aushärtung von Pulverlacken

Mit einem neuen Trockner, der mit kurzwelliger
Strahlung arbeitet, wird
eine homogene Aufheizung der Pulverschicht
auf Aushärtetemperatur
schon in wenigen Sekunden erreicht. Da das zu
beschichtende Substrat
dabei nur wenig erwärmt wird, ist der neue
Trockner auch ideal für
die Pulverbeschichtung
von Holz und Kunststoffen geeignet.

as überdurchschnittliche Wachstum bei der Anwendung von Wasser- und Pulverlacken erfordert eine stetige Optimierung und Weiterentwicklung sowohl der Beschichtungsstoffe als auch der Applikations- und Trocknungstechnologien.

Die Firma IndustrieSerVis in Bruckmühl hat eine neuertige Trocknungstechnologie entwickelt, die das Aufschmelzen und die Vernetzung von Pulverlacken innerhalb von nur wenigen Sekunden ermöglicht.

Dadurch werden neue optimierte Prozeßabläufe insbesondere hei Wasserlacken und Pulversystemen zur Behandlung von temperaturempfindlichen Substratmaterialien (wie Holz und Kunststoff) sowie

konturierten Oberflächen ermöglicht durch

- ☐ Trocknung beziehungsweise Vernetzung im Sekundentakt.
- D Fokussierung über Reflektorsy-
- In-line-Prozeßüberwachungen und
- a kompakte Anlagentechnik.

In diesem Beitrag wird das neue Trocknungs- beziehungsweise Vernetzungsverfahren dargestellt, mit dem bei Pulverbeschichtungen durch eine hohe Leistungsdichte und Eindringtiefe eine extrem kurze Aushärtungszeit bei minimierter Substraterwärmung erzielt werden kann. Ermöglicht wird dies durch die Kombination von Hochleistungs-Infrarot-Strahlungsquellen und fokussierenden Reflektorsystemen.

Die Härtungs- und Vernetzungsreaktion

Der Mechanismus der Härtungsund Vernetzungsreaktion der meisten Pulverlacke läuft in den einzeinen Reaktionssystemen rempetaturahhängig nach kinetischen Gesetzen
ab. Beim Einbrennen sollte die Pulverbeschichtung über die Schichtdieke bis hin zur Substratoberfläche
homogen und möglichst rasch auf die
notwendige Aushärtungstemperatur
gebracht werden. Nur so kann die

Pulverlackschmelze das Viskositätsminimum erreichen, ohne bereits erheblich durch Vernetzungsreaktionen am Verlaufen behindert zu werden. Beim langsameren Aufheizen vernetzt der Beschichtungsstoff bereits, ohne ausreichend verlaufen zu sein, was eine Unebenheit der Oberfläche durch einen nicht optimalen Verlauf des Pulvers zur Folge hat.

Konstante Einbrennparameter über einen temperaturüberwachten Heizprozeß führen zu gleichbleibenden Glanzgraden und verhindern ein Überbrennen der Beachichtung. Je nach Pulversystem liegen die Einbrenntemperaturen zwischen 120°C und 300°C. Aufgrund der hohen Temperaturen waren bisher temperaturempfindliche Substrate der Pulverlackierung nur eingeschränkt zugänglich. Die neue fokussierte Trocknungs-Technologie eröffnet in diesem Anwendungssegment neue Perspektiven.

Trocknen mit "nahem Infra-Rot"

Bei der Infrarot-Beheizung wird die thermische Energie mittels elektromagnetischer Wellen übertragen. Das Infrarot-Strahlungsspektrum reicht von 0,76 µm bis 1000 µm. Bei der NIR-Technologie (Nahes Infra-Rot) wird das Infrarot-Strahlungs-

> spektrum nahe dem siehtbaren Licht zwischen 0,76 µm und 1,2 µm genutzt.

Höchste Energiedichte

Der Energieübertrag der Strahlung ist gemäß dem Stefan-Bolzmannschen Gesetz proportional zur Differenz der vierten Potenz der Wendeiund Objektemperatur. Das bedeutet, daß eine Zunahme der Strahler-

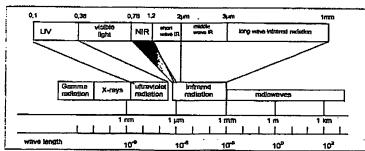


Bild 1: Elektromagnetisches Strahlungsspektrum

PULVERBESCHICHTEN____

temperatur zu einer ungleich größeren Erhöhung der Energieübertragung führt. Die abgegehene Strahlungsintensität nimmt mit T⁴ zu.

Zudem verschiebt sich die Lage des Strahlungsmaximums gemäß dem Wienschen Verschiebungsgesetzes mit zunehmender Temperatur in Richtung kürzerer Wellenlängen.

Das Plancksche Strahlungsgesetz beschreibt die spektrale Verteilung der Strahlungsdichte eines Schwarzen Strahlers, das heißt einer Strahlungsquelle, die 100% der auftreffenden Strahlung absurbiert. Bild 2 sind die Isothermen des Planckschen Strahlungsgesetzes über den IR-Bereich dargestelle.

Es ist zu erkennen, daß ein Strahler bei einer Temperatur von 3000 K im Bereich der NIR-Strahlung eine sich viel höhere Strahlungsintensität erreicht als ein Strahler mit 1800 K im mittelwelligen IR-Bereich. Durch derartige Strahler

können somit extrem hohe Energiedichten (um mehr als eine Größenordnung höher als bei konventionellen Systemen) erreicht werden.

Bei der NIR-Technologie werden als eigentliche Strahlungsquelle Hochleistungshalogenlampen eingesetzt, die mit Wendeloberflächentemperaturen von bis zu 3500 Karbeiten.

Schnelle Regelbarkeit

Aufgrund der hohen, übertragenen Leistungsdichten bei der neuen Technologie ist eine temperaturkontrollierte Beheizung des Objektes über eine Regelung der Strahler erforderlich.

Die geringe Masse der Heizwendel hat den Vorteil, daß die Stmhlungssysteme spontan auf Stromsehwankungen reagieren und sich extrem schnell regeln lassen. Die Heizquelle erreicht innerhalb sehr kurzer Zeit die volle Strahlungsleistung und ist genauso schnell wieder abgeschaltet.

Die primäre ProzeBvariable ist die Oberflächentemperatur der zu beheizenden Objekte, die mittels speziell an die Strahlungscharakteristik angepaßte Strahlungspyrometer berührungslos erfaßt wird. Auf diese Weise kunn eine Closed-loop-Regelung realisiert werden. Die schnelle Ansprechzeit des neuen Systems in Verbindung mit der berührungslosen Energienbertragung läßt eine sehnelle Regelung des Prozesses zu und ermöglicht somit eine automatisierte Prozeßkentrolle.

Optimale Konturanpassung

Die im NIR-Spektralbereich ausgesandte Strahlung ist mittels spezieller Reflektorsysteme schr effizient ausnichtbar. Je nach der zu beheizenden Oberflächenkontur kann gezielt über ellipsoidische und parabolische Reflektoren die Strahlung derart gebündelt werden, daß sie mit extrem hohen Strahlungsdichten homogen über die gesamte Oberfläche aufgebracht werden kann.

0.4 (10¹² V/m²m)

0.4 (10¹² V/m²m)

0.3 (10¹² V/m²m)

0.1 (10¹² V/m²m)

1 (10¹² V/m²m)

1 (10¹² V/m²m)

1 (10¹² V/m²m)

1 (10¹² V/m²m)

Bild 2: Strahlungsverteilung nach Planck

Dies ermöglicht eine gezielte Beheizung von Flächen ebenso wie die Intensitätsbündelung auf Linien und Punkte. Hiermit läßt sich eine homogene Energiedichte über eine konturierte Oberfläche erzeugen. Zudem ist die Strahlungsfokussierung bei Hinterschneidungen durch speziell ausgeformte Reflektorsysteme ebenfalls möglich.

Vernetzung im Sekundentakt

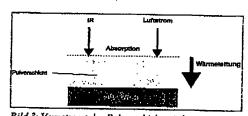
Bei konventionellen Vernetzungsverfahren für thermoreaktive Pulver wird die notwendige Härrungstemperatur über mehrstufige Energieübertragungen erreicht. Zuerst wird über IR-Strahlung oder konvektiv die Oberfläche der Pulverbeschichtung erwärmt. Dann erst erfolgt die Durchwärmung in der Pulverschicht über Wärmeleitungsprozesse bis hin zur Substratgrenz-

schicht. Dort wird die Energie, insbesondere bei metallischen Untergründen, über die höhere Wärmeleitung schr viel schneller in das Substrat abgeführt. Erst bei vollständiger Durchwärmung des Substrates erreicht die Grenzschicht die notwendige Vernetzungstemperatur.

Die neue Trocknungstechnologie führt dagegen die für die Vernetzung notwendige Energie direkt und homogen über die Schiehtdicke in die Pulverschicht ein. Abhängig vom Transmissionsgrad des Pulvers sowie vom Reflexionsgrad der Grenzschicht im ausgestrahlten Wellenlängenbereich kann gezielt eine Tiefenbeheizung eingestellt werden.

Beim konventionellen Verfahren stellt für die Durchwärmung der Beschichtung allein der Temperaturgradient zwischen Beschichtungsoberfläche und Substrat die treibende Prozeßgröße dar. Um eine homogene Filmbildung und Vernetzung und somit eine einwandfreie Haftung sicherzung

PULVERBESCHICHTEN_



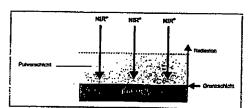


Bild 3: Vernetzung der Pulverschicht mit konventioneller (links) und mit Nahe-Infra-Rot-Trocknung (rechts)

stellen, sind Heizzeiten von mehreren Minuten notwendig.

Aufgrund der hohen Strahlungsdichte und der Tiefenwirkung der NIR-Technologic wird eine homogene Aufheizung der Beschichtung auf die Aushärtetemperatur schon in wenigen Sekunden erreicht.

Auffallend ist die schnelle Erzielung der notwendigen Schwellentemperatur innerhalb von etwa fünf Sekunden. Dadurch wird eine Vernetzung des Pulvers gestartet, nachdem der Beschichtungsstoff größtenteils verlaufen ist. Für die vollständige Vernetzung des Pulverlackfilmes muß, abhängig vom Pulversystem, die Temperatur noch einige Schunden am Objekt gehalten werden. Nach der Abkühlung ist die Beschichtung dann ausgehärtet.

Diese enorm verkürzten Vernetzungszeiten lassen darauf schließen. daß bei der NIR-Technologie die ausgesandte Strahlung neben der Tempensturaktivierung des Pulvers direkt die Reaktion des Bindemittels auslöst beziehungsweise die begonnene Reaktion beschleunigt. Weitere gezielte Untersuchungen zur opti-

miercen Prozeßauslegung müssen noch durchgeführt werden. Die bisgemachten Versuche dokumentieren bereits die in Bild 5 dargestellte mögliche Beschleunigung des Vernetzungsprozesses von Pulverheschiehrungen.

Verbunden mit der schnelleren Vernetzung sind entsprechend geringere Anlagendimensionen. Infolge der kompakten Bauweise des neuen Trocknungssystems befinder sich eine wesentlich geringere Anzahl von Teilen im Prozeß, so daß Beschichtungsfehler beziehungsweise Fehler in der Anlageneinstellung dadurch früher erkannt und somit Kosten für Nacharbeiten reduziert werden können.

Hohe Beschichtungsqualität

Die mit Nahem Infra-Rot gehärteten Pulverbeschichtungen stehen den konventionell vernetzten Beschichtungen bezüglich des Verlaufes, der Haftung und des Glanzgrades aufgrund der schnellen und homogenen Aufheizung in nichts

nach. Die crzielte hohe Vernetzungsdichte führt zu einer hohen Produktqualität (Abriebfestigkeit, Härte, Chemikalienbeständigkeit). Es kommt zu keinen Abblaseffekten wie bei Umluftöfen. Die temperaturkontrolliente Prozeßsteuerung verhindert ebenfalls Kocherbildung sowie ein Überhitzen des Pulvers.

ldeal für Trocknung von temperatursensiblen Substraten

Für eine vollständige Vernetzung und eine optimale Haftung auf dem Substrat ist eine homogene Temperatur in der Pulver- und Grenzschicht notwendig. Aufgrund der hohen Strahlungsdiehte und der effektiven Tiefenbeheizung ist der Wärmeeintrag in das Beschichtungssystem höher als die Wärmeableitung selbst eines metallischen Substrates. Daher kann der ideale Vernetzungszustand schon sehr viel früher erreicht werden als bei konventioneller Behandlung, auch wenn das Substrat noch nicht komplett durchgewärmt ist. Daraus eröffnen

> sich besonders bei sehr dickwandigen Objekten oder Substraten aus Vollmaterial neben den schon erwähnten Zcitvorteilen erhebliche energetische Einsparungen.

Mit Hilfe der Nahen-Infra-Rot-Technologic ist es möglich, remperatursensible Substrate wie Kunststoffe oder Holz mit thermoreaktiven Pulvern zu beschichten. Erste Versuche haben gezeigt, daß die NIR-

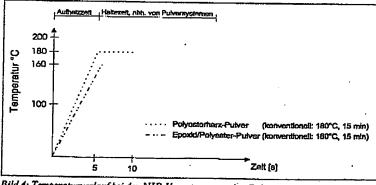


Bild 4: Temperaturverlauf bei der NIR-Vernetzung zweier Pulver

____PULVERBESCHICHTEN_

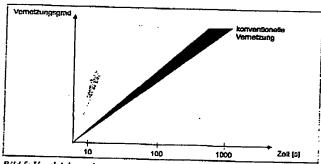


Bild 5: Vargleich von konventioneller und NIR-Vernetzung

Strahlung durch die Pulverschicht hindurch die Kunststoffoberfläche aktiviert. Dadurch wird eine ausreichende Lackhaftung erreicht, ohne daß vor dem Pulvern ein Beflammen oder ein Plasmavorbehandlungsschritt durchgeführt werden muß.

Pulverbeschichtung von Holz und Kunststoffen

Die neue Trocknungstechnologie eröffnet in der Kunststoff- oder holzverarheitenden Industrie neue Möglichkeiten, Pulverlacke zur Beschichtung einzusetzen.

Die temperaturgeregelte Vernetzung im Sekundentakt, der an das Bauteil angepaßte homogene Energieeintrag in das Beschichtungssy-

stem und die kompakte und modulare Anlagentechnik ermöglichen neue optimierte Prozeßabläufe auch in bereits bestehenden Anlagensystemen.

Zur produktionsnahen Erprobung
dieser neuen Einsatzmöglichkeiten sowie
für Forschungs- und
Entwicklungsaufgaben ist das Verauchsund Entwicklungslabor der Firma IndustrieSerVis um eine
Technikumsanlage
crweitert worden.

In der Arlage kann sowohl mit Bild 6: Technikum Naß- als auch mit Trocknungsmodul

Pulverlack appliziert und anschließend in einem NIR-Heizsystem
getrocknet bezichungsweise vernetzt werden. Ein flexibles Transportsystem für wechselnde Teilegeometrien, ein Applikations- und
Heizprogramm und die automatische Steuerung sorgen dafür, daß die
Prozeßparameter reproduzierbar eingestellt und durchfahren werden
können.

Durch ein in die Anlage integriertes Video-Überwachungssystem wird die erreichte Prozeßqualität am lackierten Prüfling dokumentiert. Somit können mögliche Abweichungen im Beschichtungsprozeß inline erfaßt werden.

Mit der beschriebenen Technikumsanlage hat sich die Firma Indu-

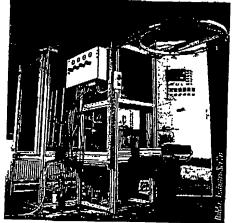


Bild 6: Technikumsanlage mit Lackier- und Trocknungsmadul

strieSerVis ein Instrumentarium geschaffen, das die Ermittlung der prozeß- und produktionsrelevanten Patameter bereits in der Versuchsphase ermöglicht und somit die Grundlage für eine Anlagenkonzeption vor der Projektierungsphase liefert.

Zusammenfassung

Die neue Trocknungstechnologie liefert eine ideale Möglichkelt, Pulverbeschichtungen schnell und effizient zu vernetzen. Die hohen erreichbaren Strahlungsdiehten erlauben einen kompakten Systemaufbau und bieten eine deutliche Leistungssteigerung im Vergleich zu konventionellen Heizsystemen. Vernetzungszeiten von nur wenigen Sekunden werden realisiert. Zudem ist es möglich, Beschichtungen auf wärmeempfindlichen Substraten zu vernetzen.

Die fokussierbaren Systeme erlauben eine gezielte, der Teilegeometrie angepaßte, Beheizung, Ein homogener Energieeintrag über eine konturierte Oberfläche kann mit Hilfe dieser Reflektorsysteme realisiert werden. Aufgrund der Tiefenwirkung der kurzwelligen Strahlung wird ein konstanter Temperaturverlauf über die Schichtdicke erzeugt.

Die schnelle Ansprechzeit des NIR-Systems in Verbindung mit der berührungsiosen Temperaturmessung läßt eine exakte Prozeßregelung zu. Auf der Basis der neuen Technologie sind erste Produktionsanlagen für Wasserlacksysteme erfolgreich im Einsatz. Für Pulversysteme liegen bereits Demonstrationsergebnisse vor und augenblicklich werden verschiedene industrielle Anwendungsfälle projektiert. Die derzeit vorhandenen Erfahrungen bestätigen das herausragende Einsatzpotential der NIR-Technologie im besonderen bezüglich neuer optimierter Prozeßabläufe in der Farben-, Lack- und Pulverbeschichrungstechnik.

> Der Autor: Dr.-Ing. Kni Bür, goschäftsführender Gesellschafter der IndustrieSerVis GmbH, Brucknähl